

PCT/JP 99/03407

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

25.06.99
09/720730
JP99/03407

E. K. U.

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application: 1998年 7月17日

出 願 番 号

Application Number: 平成10年特許願第204001号

出 願 人

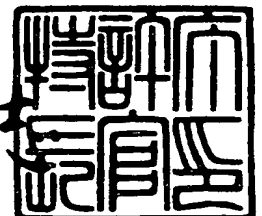
Applicant(s): 株式会社東芝

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年 7月15日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

伴佐山 建志



出証番号 出証特平11-3050161

【書類名】 特許願
 【整理番号】 DTY98-043
 【提出日】 平成10年 7月17日
 【あて先】 特許庁長官殿
 【国際特許分類】 C23C 14/34
 【発明の名称】 スパッタターゲット、配線膜および電子部品
 【請求項の数】 10

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株式会社東芝
 横浜事業所内

【氏名】 渡邊 光一

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株式会社東芝
 横浜事業所内

【氏名】 渡辺 高志

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株式会社東芝
 横浜事業所内

【氏名】 鈴木 幸伸

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市磯子区新杉田町 8 番地 株式会社東芝
 横浜事業所内

【氏名】 石上 隆

【特許出願人】

【識別番号】 000003078

【氏名又は名称】 株式会社 東芝

【代理人】

【識別番号】 100077849

【弁理士】

【氏名又は名称】 須山 佐一

【電話番号】 03-3254-1039

【手数料の表示】

【納付方法】 予納

【予納台帳番号】 014395

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9712670

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 スパッタターゲット、配線膜および電子部品

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高純度 Nb からなるスパッタターゲットであって、前記 Nb の各結晶粒は平均結晶粒径に対して 0.1~10 倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1~10 の範囲であることを特徴とするスパッタターゲット。

【請求項 2】 請求項 1 記載のスパッタターゲットにおいて、ターゲット全体の前記隣接する結晶粒の粒径サイズの比のバラツキが ±30% 以内であることを特徴とするスパッタターゲット。

【請求項 3】 請求項 1 記載のスパッタターゲットにおいて、前記 Nb の平均結晶粒径は 100 μm 以下の範囲であることを特徴とするスパッタターゲット。

【請求項 4】 請求項 1、請求項 2 または請求項 3 記載のスパッタターゲットにおいて、

前記スパッタターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。

【請求項 5】 請求項 4 記載のスパッタターゲットにおいて、前記スパッタターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。

【請求項 6】 請求項 1 記載のスパッタターゲットを用いて成膜してなる Nb 膜を具備することを特徴とする配線膜。

【請求項 7】 請求項 6 記載の配線膜において、前記 Nb 膜は Al 膜または Al 合金膜に対するライナー材であることを特徴とする配線膜。

【請求項 8】 請求項 6 記載の配線膜を有することを特徴とする電子部品。

【請求項 9】 請求項 8 記載の電子部品において、前記配線膜は、前記 Nb 膜と、前記 Nb 膜上に存在する Al 膜または Al 合金膜とを有することを特徴とする電子部品。

【請求項 10】 請求項 8 または請求項 9 記載の電子部品において、半導体素子であることを特徴とする電子部品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体素子のライナー材などの形成に好適なスパッタターゲットと、それを用いた配線膜および電子部品に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、LSI に代表される半導体工業は急速に進捗しつつある。64MビットDRAM やそれ以降の半導体素子においては、高集積化、高信頼性化、高機能化が進むにつれて、微細加工技術に要求される精度も益々高まっている。このような集積回路の高密度化に伴って、Al や Cu を主成分として形成される金属配線の幅は $1/4\mu\text{m}$ 以下になりつつある。

【0003】

一方、集積回路を高速で動作させるためには、Al 配線や Cu 配線の抵抗を低減することが必須となる。従来の配線構造では、配線の高さを厚くすることで配線抵抗を低減することが一般的である。しかし、さらなる高集積化・高密度化された半導体デバイスなどでは、これまでの積層構造を用いた際に配線上に形成される絶縁膜のカバレッジ性が悪くなり、当然歩留まりも低下するため、デバイスの配線技術そのものを改良することが求められている。

【0004】

そこで、従来の配線技術とは異なる、デュアルダマシン (DD) 配線技術を採用することが検討されている。DD 技術とは、予め下地膜に形成した配線溝土に、配線材となる Al や Cu を主成分とする金属をスパッタリング法や CVD 法などを用いて成膜し、熱処理 (リフロー) によって溝へ流し込み、CMP (Chemical Mechanical Polishing) 法などにより余剰の配線金属を除去する技術である。

【0005】

ここで、DD配線構造においては、配線溝内にいかにして良好にAlなどを充填するかが重要である。充填技術としては、上述したようにリフロー技術などが適用される。一般的に、例えばAlのリフロー性を向上させる膜（ライナー膜）としてはTi膜が用いられてきたが、Ti膜ではリフロー工程でAlとTiが反応してAl₃Ti化合物が形成され、その結果として配線抵抗が著しく上昇してしまうという問題がある。

【0006】

そこで、Tiに代わるAlなどに対するライナー材料が種々検討されており、その中でも特にNbの使用が効果的であることが報告されている。NbはTiと比較して配線抵抗を低減することができ、またAlなどのリフロー性についても向上させることが可能となる。

【0007】

一方、256Mビットや1GビットのDRAMなどの次世代の半導体メモリへの応用を考えた場合、配線膜中のダストなどの混入は極力低減する必要があるが、従来のNbターゲットでは例えば1μmを超えるような巨大なダストが突発的に発生してしまい、そのような要求を十分に満足することができない。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

上述したように、従来のNbターゲットを用いて成膜したNb膜は、256Mビットや1GビットのDRAMなどに求められているAl膜などのライナー材に好適であるものの、スパッタ成膜中に突発的に巨大なダストが発生してしまい、その結果として半導体素子などの製品歩留りを低下させるという問題がある。このようなことから、従来のNbターゲットは次世代の半導体メモリなどへの応用は困難な状況にある。

【0009】

本発明はこのような課題に対処するためになされたもので、突発的に発生する巨大なダストを抑制し、例えばAl配線膜のライナー材として用いられるNb膜の歩留りを向上させることを可能にしたスパッタターゲットを提供することを目

的としており、またそのようなスパッタターゲットを用いることによって、256Mビットや1GビットのDRAMなどに求められる高密度配線を再現性よく実現可能とした配線膜、およびそのような配線膜を用いた電子部品を提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記課題を解決するために、Nbターゲットの平均結晶粒径やNbターゲット内の結晶粒径のバラツキについて、ダストへの影響を検討した結果、平均結晶粒径や隣接する結晶粒の粒径サイズ比を適切な値に制御したNbターゲットを用いることによって、従来達成することができなかった突発的なダストの発生を再現性よく抑制し得ることを見出した。

【0011】

本発明はこのような知見に基づいて成されたものであり、本発明のスパッタターゲットは請求項1に記載したように、高純度Nbからなるスパッタターゲットであって、前記Nbの各結晶粒は平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が0.1~10の範囲であることを特徴としている。

【0012】

本発明のスパッタターゲットは、さらに請求項2に記載したように、ターゲット全体の前記隣接する結晶粒の粒径サイズの比のバラツキが±30%以内であることを特徴としている。本発明のスパッタターゲットにおいて、Nbの平均結晶粒径は請求項3に記載したように100 μm 以下の範囲であることが好ましい。

【0013】

本発明のスパッタターゲットは、例えば請求項4に記載したように、バックイングプレートと接合されて用いられる。この場合のスパッタターゲットとバックイングプレートとの接合には、請求項5に記載したように、例えば拡散接合が用いられる。

【0014】

また、本発明の配線膜は、請求項6に記載したように、上記した本発明のスパ

ッタターゲットを用いて成膜してなるNb膜を具備することを特徴としている。
本発明の配線膜において、例えば請求項7に記載したように、Nb膜はAl膜やAl合金膜に対するライナー材である。

【0015】

本発明の電子部品は、請求項8に記載したように、上記した本発明の配線膜を有することを特徴としている。本発明の電子部品において、前記配線膜は例えば請求項9に記載したように、Nb膜とその上に存在するAl膜またはAl合金膜とを有することを特徴としている。本発明の電子部品は、請求項10に記載したように、例えば半導体素子である。

【0016】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を実施するための形態について説明する。

【0017】

本発明のスパッタターゲットは、各結晶粒が平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が0.1~10の範囲である高純度Nbからなるものである。

【0018】

ここで、ターゲットの結晶粒径とダストとの関係は数多く報告されている。通常、ダストと呼ばれているものは、スパッタリングにより飛散した粒子がスパッタ装置内に配置されている防着板やターゲットの非エロージョン領域に付着し、これらが剥離して生じるフレーク状ものや、結晶粒間のギャップに生じた電位差により異常放電が発生し、これに基づいて生じるスプラッシュと呼ばれる溶融粒子などである。いずれにしても、通常は大きさが0.2~0.3 μm 程度のものを指している。

【0019】

しかし、従来のNbターゲットから突発的に発生するダストは大きさが1 μm 以上とこれまでのダストと比較して極めて大きく、形状も岩石のような塊状の形状を有している。この塊について種々調査した結果、結晶粒の一部もしくは結晶粒自体がスパッタリングにより抽出させたようなモードとなっていることが判明

した。そこで、本発明者らは隣接する結晶粒のサイズに着目して調査した結果、隣接する結晶粒の粒径サイズに大きな差が生じている場合に、上述したような巨大なダストが発生することを見出した。

【0020】

これは、スパッタリングによりターゲット表面はかなりの熱影響を受け、それぞれの結晶粒が有する歪みを回復しようとするが、結晶粒のサイズにより有している歪み量が異なり、大きな結晶粒が歪みを回復する過程において、それに隣接して小さな結晶粒が存在していると多大な応力を受け、その結果として小さな結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散してしまうという現象を引き起こすためである。このような隣接する結晶粒の粒径サイズの差に基づいて、結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散すると巨大ダストとして基板上に付着し、Nb膜の歩留りを低下させることになる。

【0021】

そこで、本発明のスパッタターゲットにおいては、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を0.1~10の範囲としている。このように、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を10倍以下もしくは1/10以上とすることによって、熱影響を受けた結晶粒が歪みを回復しようとする過程における応力差を緩和することができ、これによって結晶粒の一部やそのもの自体の飛散を抑えることが可能となる。その結果として巨大ダストの発生が抑制され、Nb膜やそれを具備する配線膜の歩留りを大幅に向上させることが可能となる。隣接する結晶粒の粒径サイズ比は0.5~5の範囲とすることがさらに好ましい。

【0022】

なお、隣接する結晶粒の粒径サイズ比は、任意の倍率で測定された結晶組織写真に直線を引き、その直線にかかりかつお互いに隣接する30個の結晶粒の結晶粒径（この場合の結晶粒径は1個の結晶粒を囲む最小円の直径を指す）を測定し、その粒径サイズの比を指すものとする。

【0023】

また、本発明のスパッタターゲットにおいて、ターゲット全体の隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは±30%以内とすることが好ましい。このように、

ターゲット全体の隣接する結晶粒間の粒径サイズ比のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成したNb膜全体として巨大ダストの発生を抑制することができる。ターゲット全体の隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは±15%以内とすることがさらに好ましい。

【0024】

スパッタターゲット中のNb結晶粒は、上記したように隣接する結晶粒間の粒径サイズ比を0.1~10の範囲とすることが特に重要であるが、Nb結晶粒の全体的な結晶粒径のバラツキが大きいとスパッタ率の異なる結晶粒の総数が少なくなり、より隣り合う結晶粒との段差が大きくなるため、Nb結晶粒の結晶粒径は平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲とする。Nb結晶粒の平均結晶粒径は100 μ m以下の範囲とすることが好ましい。

【0025】

なお、本発明のスパッタターゲットは高純度Nbにより構成されるものであるが、例えば一般的な高純度金属材のレベル程度であれば多少の不純物元素を含んでいてもよい。ただし、例えば配線抵抗の低減などを図る上で不純物元素量は低減することが好ましい。

【0026】

本発明のスパッタターゲットの製造方法は、特定の原料と塑性加工、熱処理条件などを満足させる以外は特に限定されるものではなく、例えばエレクトロンビーム(EB)溶解やアーク溶解などの公知の製造方法を適用して作製することができる。

【0027】

例えば、3NレベルのNb₂O₅を用いて、EB溶解法を用いてインゴットを作製する。ピレットのサイズは直径100~500mmとすることが好ましい。このようなピレットに対して鍛造、圧延の塑性加工により、例えば50~98%の加工率を与える。このような加工率の塑性加工によれば、インゴットに適量の熱エネルギーを与えることができ、そのエネルギーによってインゴットが有する結晶粒を完全に破壊することができる。また、このエネルギーは微小内部欠陥を除去するのにも有効な作用をもたらす。

【0028】

次いで、800～1300℃程度の温度で1時間以上の熱処理を施す。上記した塑性加工により一旦結晶粒を破壊したNb材に対して、このような条件の熱処理を施すことによって、Nb結晶粒の結晶粒径を制御することができ、具体的には各結晶粒の結晶粒径を平均結晶粒径に対して0.1～10倍の範囲とすると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズ比を0.1～10の範囲とすることができる。

【0029】

このようにして得られるNb素材を機械加工し、例えばAlからなるバッキングプレートと拡散接合する。ここで、拡散接合時の温度は600℃以下とすることが好ましい。これは、融点が660℃であるAlの塑性変形を防止すると共に、ターゲット中のNb結晶粒の結晶粒径に悪影響を及ぼすことを防止するためである。ここで得られた素材を所定サイズに機械加工することによって、本発明のスパッタリングターゲットが得られる。

【0030】

本発明の配線膜は、前述した本発明のスパッタターゲットを用いてスパッタ成膜してなるNb膜を具備するものである。このようなNb膜はAl配線（Al膜やAl-CuのようなAl合金膜）のライナー材などに好適である。本発明の配線膜は例えば上記したNb膜上にAl膜（Al合金膜を含む）を存在させたものである。このような配線膜によれば、DD配線技術を適用する際に好適な配線膜構造を提供することができ、さらに256Mビットや1GビットのDRAMなどに求められている高密度配線を高信頼性の下で再現性よく実現することが可能となる。これは配線膜の歩留り向上に大きく貢献する。

【0031】

このような本発明の配線膜は、半導体素子に代表される各種の電子部品に使用することができる。具体的には、本発明の配線膜を用いたULSIやVLSIなどの半導体素子、さらにはSAWデバイスやTPHなどの電子部品が挙げられる。本発明の電子部品はこのような半導体素子、SAWデバイス、TPHなどを含むものである。

【0032】

【実施例】

次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

【0033】

実施例1

まず、3NレベルのNb材をEB溶解してインゴットを作製した。このようなインゴットに対して加工条件を変えて冷間鍛造および冷間圧延を行った。加工条件は表1に示す6種類の加工率とした。その後、1100℃×120minの条件で熱処理を施し、さらに拡散接合を用いてAlバックングプレートと接合し、機械加工により直径φ320mm×厚さ10mmの6種類のNbスパッタターゲットを得た。なお、加工率の計算方法は、 $\{100 - (\text{塑性加工後のNb材の厚さ} \div \text{インゴットの高さ}) \times 100\}$ とする。

【0034】

このようにして得た加工率が異なる6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：DCスパッタ、背圧： 1×10^{-5} Pa、出力DC：15kW、スパッタ時間：1minの条件下で、Siウエハ(8インチ)上に厚さ0.5μmのNb膜をそれぞれ成膜した。なお、成膜したSi基板の枚数はそれぞれ500枚とした。これら各Nb膜について、Nb結晶粒の平均結晶粒径に対する粒径範囲、隣接する結晶粒の粒径サイズ比およびそのバラツキを測定した。さらに、各Nb膜中に存在する大きさ1μm以上の巨大ダストの数を測定した。それらの結果を表1に示す。

【0035】

【表1】

ターゲット No	加工率 (%)	平均結晶粒径 (μm)	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均個数 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のパラツキ (%)	
1	95	30	0.7	0.6	2	0
2	87	70	4.5	1.2	5	0
3	55	100	7.8	5.8	12	0
4	25	190	0.05	5	35	0.8
5	33	280	15.8	17	45	0.6
6	14	350	23.2	58	67	1.2

表1から明らかなように、試料1～試料3の本発明のNbスパッタターゲットを用いて成膜したNb膜では、巨大ダストが存在していないのに対し、本発明との比較例として作製した試料4～試料6のNbスパッタターゲットでは、それを用いて成膜したNb膜中に巨大ダストが存在していることが分かる。従って、このような本発明のNb膜を用いることによって、配線膜およびそれを用いた各種デバイスの歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

【0036】

実施例2

まず、3NレベルのNb材をEB溶解してインゴットを作製した。このようなインゴットに対して冷間鍛造および冷間圧延（加工率＝85%）を行った後、熱処理なし、あるいは300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃で60minの熱処理を施して6種類のNb材を作製した。これらを拡散接合によりAlバックングプレートと接合し、機械加工により直径 $\phi 320\text{mm}$ ×厚さ10mmのNbスパッタターゲットとした。

【0037】

このようにして得た熱処理条件が異なる6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：DCスパッタ、背圧： $1\times 10^{-5}\text{Pa}$ 、出力DC：15kW、スパッタ時間：1minの条件下で、Siウエハ（8インチ）上に厚さ $0.5\mu\text{m}$ の

Nb膜をそれぞれ成膜した。なお、成膜したSi基板の枚数はそれぞれ500枚とした。これら各Nb膜について、Nb結晶粒の平均結晶粒径に対する粒径範囲、隣接する結晶粒の粒径サイズ比およびそのバラツキを測定した。さらに、各Nb膜中に存在する大きさ $1\mu\text{m}$ 以上の巨大ダストの数を測定した。それらの結果を表2に示す。

【0038】

【表2】

ターゲット No	熱処理温度 ($^{\circ}\text{C}$)	平均結晶粒径 (μm)	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均個数 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	無処理	—	—	—	—	3.5
2	300	—	—	—	—	1.2
3	600	—	—	—	—	0.1
4	800	10	0.5	7.8	1.2	0
5	1100	30	1.3	1.1	4.4	0
6	1300	70	4.7	0.7	12	0

表2から明らかなように、試料4～試料6の本発明のNbスパッタターゲットを用いて成膜したNb膜では、巨大ダストが存在していないのに対し、本発明との比較例として作製した試料1～試料3のNbスパッタターゲットでは、それを用いて成膜したNb膜中に巨大ダストが存在していることが分かる。従って、このような本発明のNb膜を用いることによって、配線膜およびそれを用いた各種デバイスの歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

【0039】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明のNbスパッタターゲットによれば、従来達成することができなかった巨大ダストの発生を再現性よく抑制することが可能となる。従って、このようなスパッタターゲットを用いて成膜したNb膜を具備する本発明の配線膜、およびそれを用いた電子部品は、その製造歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

特平 1 0 - 2 0 4 0 0 1

【 0 0 4 0 】

出願人 株式会社 東芝
代理人 弁理士 須 山 佐 一

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 Nbターゲットを用いてNb膜をスパッタ成膜するにあたり、突発的に発生する巨大なダストを抑制し、例えばAl配線膜のライナー材として用いられるNb膜の歩留りを向上させる。

【解決手段】 高純度Nbからなるスパッタターゲットであって、各Nb結晶粒は平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が0.1~10の範囲である。スパッタターゲット全体としての隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは±30%以内とされている。また、Nb結晶粒の平均結晶粒径は100以下が好ましい。

【選択図】 なし

【書類名】 職権訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】 000003078
【住所又は居所】 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
【氏名又は名称】 株式会社東芝

【代理人】 申請人

【識別番号】 100077849
【住所又は居所】 東京都千代田区神田多町2丁目1番地 神田東山ビル
【氏名又は名称】 須山 佐一

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003078]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

【変更理由】 新規登録

住 所 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

氏 名 株式会社東芝